# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/003837

International filing date: 01 March 2005 (01.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP

Number: 2004-057307

Filing date: 02 March 2004 (02.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 14 April 2005 (14.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

01.03.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application: 2004年 3月 2日

出願番号

特願2004-057307

Application Number: [ST. 10/C]:

[JP2004-057307]

出 願 人 Applicant(s):

日本エクスラン工業株式会社

東洋紡績株式会社

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2005年 3月31日

(i) (ii)



 【書類名】
 特許願

 【整理番号】
 33040

【提出日】 平成16年 3月 2日 性抗病原原

【あて先】特許庁長官殿【国際特許分類】D06M 11/38

CO8K 3/00 DO1F 1/10

【発明者】

【住所又は居所】 兵庫県神戸市北区鹿の子台5丁目10-17

【氏名】 鳴田 昭三

【発明者】

【住所又は居所】 岡山県岡山市西大寺新地328番地

【氏名】 鶴海 英幸

【特許出願人】

【識別番号】 000004053

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

【氏名又は名称】 日本エクスラン工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100067828

【弁理士】

【氏名又は名称】 小谷 悦司

【選任した代理人】

【識別番号】 100075409

【弁理士】

【氏名又は名称】 植木 久一

【手数料の表示】

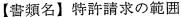
【予納台帳番号】 012472 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 特許請求の範囲 1

 【物件名】
 明細書 1

 【物件名】
 要約書 1



#### 【請求項1】

架橋構造を有し、且つ分子中にカルボキシル基を有する繊維中に、ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属および/または金属化合物の微粒子が分散していることを特徴とする抗ウイルス性繊維。

## 【請求項2】

前記カルボキシル基の少なくとも一部はカルボキシル基の塩として存在している請求項 1に記載の抗ウイルス性繊維。

## 【請求項3】

前記金属および/または金属化合物が、Ag, Cu, Znよりなる群から選択される金属、および該金属の金属化合物の少なくとも1種である請求項1または2に記載の抗ウイルス性繊維。

#### 【請求項4】

請求項1~3のいずれかに記載の抗ウイルス性繊維を含む綿状、不織布状、織物状、紙状もしくは編物状の抗ウイルス性繊維製品。

#### 【請求項5】

前記金属および/または金属化合物が、全繊維成分中に金属として0.2質量%以上含まれている請求項 $1\sim4$ のいずれかに記載の抗ウイルス性繊維、または抗ウイルス性繊維製品。

#### 【請求項6】

架橋構造を有し、分子中にカルボキシル基を有する繊維の該カルボシキル基の少なくとも一部に、ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属の金属イオンを結合させた後、還元および/または置換反応により該金属および/または金属化合物の微粒子を該繊維中に析出させることを特徴とする抗ウイルス性繊維の製造方法。

## 【請求項7】

前記架橋構造を有し、分子中にカルボキシル基を有する繊維が、架橋アクリル系繊維を基本骨格とし、該架橋アクリル系繊維分子内の官能基の少なくとも一部を加水分解した繊維であって、前記カルボキシル基の少なくとも一部に、前記金属の金属イオンを結合させ、次いで還元および/または置換反応により該金属および/または金属化合物の微粒子を該繊維中に析出させる請求項6に記載の抗ウイルス性繊維の製造方法。

#### 【書類名】明細書

【発明の名称】抗ウイルス性繊維、及び該繊維の製法、並びに該繊維を用いた繊維製品 【技術分野】

#### [0001]

本発明はウイルスの増殖抑制乃至撲滅効果を有する繊維材料に関し、特にインフルエンザウイルスに対する不活化効果を発揮する繊維材料に関するものである。

#### 【背景技術】

#### [0002]

ウイルス感染は、ウイルス感染者から放出されたウイルスを含む飛沫(くしゃみ等)に 直接接触する場合のみならず、ウイルス感染者が触れた衣服やタオルなどに接触(間接接 触)することによっても生じる。例えばウイルス感染を防止する手段として一般的にマス クが使用されているが、使用時間が長くなると、マスクのフィルター部にウイルスが濃縮 された状態となるため、マスクの脱着時にマスク本体に触れるとウイルスが手に付着し、 その手でタオルや衣服に触れることによって、ウイルスがタオルや衣服に付着する。そし て、第三者が該ウイルス付着箇所に触れると、手にウイルスが付着し、二次感染を引き起 こす。

## [0003]

こうした問題に鑑み、繊維製品等に付着したウイルスの増殖を阻止乃至撲滅する技術が 各種提案されている(例えば特許文献1、特許文献2、特許文献3、特許文献4)。

【特許文献1】特開2002-65879号

【特許文献2】特開2001-245997号

【特許文献3】特開平11-19238号

【特許文献4】特開平09-225238号

#### 【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### [0004]

本発明は上記の様な事情に着目してなされたものであって、その目的は、ウイルスに対して優れた増殖抑制乃至撲滅効果(不活化効果)を有する繊維、及び該繊維の製造方法、 並びに該繊維を含む繊維製品を提供することである。

#### 【課題を解決するための手段】

#### [0005]

上記課題を解決することのできた本発明に係る抗ウイルス性繊維とは、架橋構造を有し、且つ分子中にカルボキシル基を有する繊維中に、ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属および/または金属化合物の微粒子が分散しているところに要旨が存在する。

#### [0006]

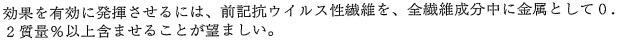
特に前記カルボキシル基の少なくとも一部はカルボキシル基の塩、特に好ましくはアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩またはアンモニア塩として存在しているものはこれらの有する吸湿乃至保湿作用と相まって、より一層優れたウイルス不活化効果を発揮するので推奨される。

#### [0007]

本発明の抗ウイルス性繊維における前記金属および/または金属化合物として特に好ましいのは、Ag, Cu, Zn よりなる群から選択される金属および/またはこれらの金属の金属化合物の少なくとも1種であり、これらの微粒子が、上記繊維中に好ましくは0.2 質量%以上微分散しているものは、高レベルのウイルス不活化効果を発揮するので特に好ましい。

#### [0008]

そして本発明に係る繊維状の抗ウイルス性繊維は、単独もしくは他の任意の繊維材と混 紡もしくは混繊して、綿状、不織布状、織物状または編物状に加工することで、用途に応 じた任意の形状のものとして実用化できるが、これら繊維製品全体としてウイルス不活化



## [0009]

また本発明製法は、上記抗ウイルス性繊維の好ましい製法として位置付けられるもので、架橋構造を有し、分子中にカルボキシル基を有する繊維の該カルボシキル基の少なくとも一部にウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属の金属イオンを結合させた後、還元および/または置換反応により前記金属および/または金属化合物の微粒子を該繊維中に析出させるところに特徴を有している。

## [0010]

特に架橋構造を有し、分子中にカルボキシル基を有する繊維の該カルボシキル基の少なくとも一部に、ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属の金属イオンを結合させた後、還元および/または置換反応により該金属および/または金属化合物の微粒子を該繊維中に析出させることが望ましい。

#### 【発明の効果】

#### [0011]

本発明の抗ウイルス性繊維は、ウイルスの増殖抑制乃至撲滅(ウイルスの活動を抑制する不活化作用)に優れた特性を示す。したがって、本発明の抗ウイルス性繊維を含む繊維製品も優れた不活化効果を発揮し、上記問題となっていた間接接触によるウイルス感染の防止に効果的である。

#### [0012]

また本発明の製法は、上記ウイルス不活化効果に優れた抗ウイルス性繊維の製法として好適である。

## [0013]

## 【発明を実施するための最良の形態】

#### [0014]

本発明に係る抗ウイルス性繊維は、上記の如く架橋構造を有し、且つ分子中にカルボキシル基を有する繊維中に、水に難溶性の金属および/または金属化合物の微粒子が分散しているところに特徴を有している。

#### [0015]

該抗ウイルス性繊維によってウイルスが不活化される機構については、現在のところ必ずしも明確にされたわけではないが、繊維中に分散している上記難溶性の金属および/または金属化合物の微粒子とウイルスが接触することによって、ウイルスの核酸を取り囲む酵素蛋白(エンベロープ)やS蛋白(スパイク)の働きが停止乃至破壊されるのではないかと考えられるが、いずれにしても、本発明の抗ウイルス性繊維は優れたウイルス不活化効果を発揮する。

## [0016]

尚、本発明の繊維は、上記の様にウイルスのタンパク質破壊してウイルス不活化効果を 発現すため、同様にウイルス以外のタンパク質も破壊するものと考えられる。例えば本発 明の繊維を用いれば、花粉症を起こす原因物質とされるアレルゲンタンパク質を破壊し、 アレルギーの発生を抑制できるものと考えられる。

#### $[0\ 0\ 1\ 7\ ]$

本発明に係る抗ウイルス性繊維の基本骨格となる繊維としては、架橋構造を有すると共に繊維分子中にカルボキシル基を有するものであれば制限なく使用できるが、生産性や骨格繊維としての強度特性、量産性、コストなどを考慮して最も好ましいのは、任意の方法で架橋構造を与えたアクリル系繊維、中でも、アクリロニトリル系繊維やアクリル酸エステル系繊維を部分加水分解することによってカルボキシル基を導入した繊維である。

## [0018]

該繊維に与えられる架橋構造は、カルボキシル基が導入された状態で繊維として適度の 強度を確保しつつ、水に溶解することがなく、しかも、当該繊維に、後述するような方法 で難溶性の金属および/または金属化合物を含有させる際に、物理的、化学的に劣化しな い特性を与えるためであり、共有結合による架橋、イオン架橋、キレート架橋などが全て 包含される。架橋を導入する方法についても特に制限されないが、繊維状に加工すること の必要上、好ましくは架橋導入前の状態で常法により紡糸・延伸などで繊維状に加工した 後に架橋を導入することが望ましい。

## [0019]

尚、繊維素材としてアクリロニトリル系重合体を使用し、これにヒドラジン等による架 橋構造を導入したものは、繊維特性が良好であるばかりでなく、後述する様な方法で難溶 性の金属および/または金属化合物よりなる微粒子の含有量を容易に高めることができ、 耐熱性も良好でコスト的にも廉価に得ることができるので、実用性の高いものとして推奨 される。

## [0020]

ところで、繊維に含有させた金属および/または金属化合物の微粒子よる不活化効果は 、ウイルスが該微粒子に接触しなければ生じないが、繊維分子中に含まれるカルボキシル 基の少なくとも一部をカルボキシル基の塩として存在させれば、ウイルスが上記微粒子と 接触していなくても該カルボキシル基の塩の有する吸湿乃至保湿性によって、湿度に弱い インフルエンザウイルスに対して不活化効果を発揮するので望ましい。この様なカルボン 酸は酸化反応や縮合反応など公知の製法で得ることができる。尚、繊維の吸湿乃至保湿性 を高めるには、カルボン酸よりもカルボキシル基の塩が好ましい。

#### $[0\ 0\ 2\ 1]$

架橋構造を有する該繊維は、当該繊維に高い吸湿性や保湿性を与えるため、カルボキシ ル基の少なくとも一部はカルボキシル基の塩、例えばアルカリ金属やアルカリ土類金属も しくはアンモニア等の塩として存在することが望ましく、特にナトリウムやカリウムなど のアルカリ金属塩として存在するものは、少ない金属塩の置換量で繊維に高い吸湿・保湿 性を与えることができるので好ましい。

## [0022]

特にインフルエンザウイルスなどの様に、湿度に極めて弱い性質を有するウイルスに対 しては、架橋繊維中に微分散している前記金属および/または金属化合物の作用と、当該 繊維分子中に含まれるカルボキシル基の塩に由来する吸湿乃至保湿作用とが相俟って、よ り高いウイルス不活化効果が得られる。

## [0023]

しかも、カルボキシル基の少なくとも一部がカルボキシル基の塩、特に好ましくはアル カリ金属やアルカリ土類金属もしくはアンモニア等の塩として存在する繊維は、繊維中に 存在する金属および/または金属化合物とウイルスが接触していない箇所においても、そ の吸湿乃至保湿作用によってウイルス不活化効果を発揮するので望ましい。

## [0024]

カルボキシル基の導入は、アクリロニトリル系繊維やアクリル酸エステル系繊維の場合 、通常は繊維状に加工し架橋を導入した後でニトリル基や酸エステル基を加水分解するこ とによって行うことができる。カルボキシル基の導入量は、繊維に与える吸湿性や保湿性 の程度に応じて、また、後述するアルカリ金属などの塩の導入量も考慮して任意に決めれ ばよい。より優れたウイルス不活化効果を得る上で好ましい導入量は、カルボキシル基と して繊維1g当たり好ましくは1mmol以上、より好ましくは3mmol以上であり、 好ましくは10mmol以下である。また該カルボキシル基の少なくとも60mol%以 上、より好ましくは80m01%以上が前記アルカリ金属などで中和されていることが望 ましい。

#### $[0\ 0\ 2\ 5]$

カルボキシル基を有する該繊維に含有させる金属および/または金属化合物としては、

ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性であるものが全て使用可能である。 【0026】

水に難溶性とは、常温下で水に対して実質的に不溶性であることをいい、通常の使用条件 (常温、常圧) で、水と共存させても繊維から金属および/または金属化合物が実質的に溶解することがないことをいう。実質的に溶解しないとは、還元反応により金属を析出するもの、或いは溶解度積定数が $10^{-5}$ 以下であることをいう。

## [0027]

より優れたウイルス不活化効果を得る上で好ましいのは銀、銅、亜鉛、マンガン、鉄、ニッケル、アルミニウム、錫、モリブデン、マグネシウムなどの金属、或いはこれらの酸化物、水酸化物、塩化物、臭化物、ヨウ化物、炭酸塩、硫酸塩、リン酸塩、塩素酸塩、臭素酸塩、ヨウ素酸塩、亜硫酸塩、チオ硫酸塩、チオシアン酸塩、ピロリン酸塩、ポリリン酸塩、珪酸塩、アルミン酸塩、タングステン酸塩、バナジン酸塩、モリブデン酸塩、アンチモン酸塩、安息香酸塩、ジカルボン酸塩などが例示され、これらは単独で使用し得る他、必要により2種以上を適宜組合せて使用できる。これらの中でも特に優れたウイルス不活化効果を示すのは銀、銀化合物、銅、銅化合物である。

## [0028]

これら金属および/または金属化合物よりなる微粒子(以下、金属系微粒子ということがある)の大きさは特に制限されない。ウイルスに対する不活化効果をより有効に発揮させるには、できるだけ小さくて表面積の大きいものが好ましく、 $1 \mu$  m以下のサブミクロンオーダー以下のものが特に好ましい。

#### [0029]

これら金属および/または金属化合物の微粒子を含有する繊維の形態としては、特に限定されない。ウイルス不活化機能をより一層向上させる上では、単位重量当たりの表面積を極力大きくし、繊維内部の金属および/または金属化合物も有効に活用するという意味から、多孔質繊維であることが望ましく、特に、 $1 \mu$  m程度以下の細孔を有し、それらが連通して繊維表面にまで連続している多孔質繊維が好ましい。

#### [0030]

水に難溶性の金属や金属化合物の含有量(金属としての含有量、以下同じ)は特に限定されないが、水に難溶性の金属や金属化合物が抗ウイルス性繊維の質量に対して 0.2 質量%以上含まれていることが十分なウイルス不活化効果を得る上で望ましい。より好ましくは 0.4 質量%以上である。含有量が多い程、高いウイルス不活化効果を発揮するので望ましいが、含有量が高くなるとコストも高くなり、また繊維物性が悪くなる恐れもあることから、好ましくは 10 質量%以下、より好ましくは 5 質量%以下であることが望ましい。

## [0031]

尚、抗ウイルス性繊維中の該金属、及び金属化合物の含有量は、該繊維を硝酸、硫酸、過塩素酸の混合液(濃度は分解状態に応じて調整する)で湿式分解した後、原子吸光法(島津製作所製:原子吸光分光度計AA-6800)によって測定された値から算出する。例えば繊維中の銀および/または銀化合物の含有量の測定は、該繊維を混合液(98%硫酸1:60%硝酸3~5:60%過塩素酸1~2)を用いて湿式分解した後に、原子吸光法によって測定・算出することができる。

#### [0032]

本発明の抗ウイルス性繊維は、前述した如く、架橋構造を有する繊維に水に難溶性の金属および/または金属化合物を含有せしめたもので、その製法としては、

- (I) 繊維を構成する重合体に金属および/または金属化合物を混合し紡糸して繊維状に加工する方法、
- (II) 繊維分子内のカルボキシル基に前記金属を結合させた後、化学反応によって該金属をカルボキシル基から離脱させると共に、当該金属および/または金属化合物を生成させて繊維に沈着させる方法、

等を採用できる。

#### [0033]

これらの方法の中でも特に好ましいのは上記(II)の方法であるので、この方法を採用し架橋アクリル系繊維に銀(または銅)化合物を含有させる場合を例にとって具体的に説明する。

#### [0034]

架橋アクリル系繊維は公知の方法によって製造できる。例えばアクリル系繊維を、ヒドラジン系化合物などによって架橋導入処理を行う。この架橋導入処理によって当該繊維はもはや水や一般的な溶剤には溶解しないものとなるので、紡糸の如き繊維状への加工は該架橋導入処理の前に行っておく必要がある。

#### [0035]

## [0036]

かくしてカルボキシル基またはその金属塩が導入された架橋アクリル系繊維を、銀イオン水溶液(または銅イオン水溶液)で処理することにより、繊維分子中のカルボキシル基に銀イオン(または銅イオン)を結合させる。

#### [0037]

そして、金属銀や金属銅を含有せしめた架橋アクリル系繊維(すなわち、抗ウイルス性 繊維)を製造する場合は、カルボキシル基に結合した銀イオン(または銅イオン)を還元 することによって得ることができる。銀(または銅)の化合物を含む架橋アクリル系繊維 を製造する場合は、銀イオン(または銅イオン)と結合して難溶性の化合物を析出する化 合物を含む水溶液で処理することによって得ることができる。

## [0038]

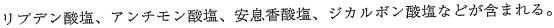
このとき採用される還元法としては、金属イオンを金属に還元し得る方法であれば特に制限されず、例えば、金属イオンに電子を与える化合物、具体的には水素化ホウ素ナトリウム、ヒドラジン、ホルムアルデヒド、アルデヒド基を有する化合物、硫酸ヒドラジン、青酸およびその塩、次亜硫酸およびその塩、チオ硫酸、過酸化水素、ロッシェル塩、次亜リン酸やその塩などの還元剤を用いて水溶液中で還元する方法;水素や一酸化炭素などの還元性雰囲気中で熱処理する方法;光照射による方法、あるいはこれらを適宜組合せた方法などを挙げることができる。

## [0039]

なお水溶液中で還元反応を行うに当っては、反応系に水酸化ナトリウム、水酸化アンモニウムなどの塩基性化合物、無機酸、有機酸などのpH調整剤;クエン酸ナトリウムなどのオキシカルボン酸化合物、ホウ酸や炭酸などの無機酸、有機酸・無機酸のアルカリ塩などの緩衝剤;フッ化物などの促進剤;塩化物や臭素化物、硝酸塩などの安定剤;界面活性剤などを適宜含有させることも勿論有効である。

#### [0040]

銀(または銅)イオンと結合して難溶性の化合物を析出し得る化合物の種類も特に制限的でなく、例えば酸化物、水酸化物、塩化物、臭化物、ヨウ化物、炭酸塩、硫酸塩、リン酸塩、塩素酸塩、臭素酸塩、ヨウ素酸塩、亜硫酸塩、チオ硫酸塩、チオシアン酸塩、ピロリン酸塩、ポリリン酸塩、珪酸塩、アルミン酸塩、タングステン酸塩、バナジン酸塩、モ



## [0041]

上記還元および/または置換反応によって生成する銀(または銅)若しくはそれらの化 合物は、上記還元および/または置換反応で繊維分子中のカルボキシル基から金属イオン として遊離すると同時に微細な不溶物として繊維分子の近傍に生成し沈着する。従って、 これを水洗し乾燥すると、繊維の内部や繊維外面に金属や金属化合物が極めて微細な粒状 物として均一に沈着したものを得ることができる。更に該繊維をアルカリ中和処理(例え ば苛性ソーダ等によって p Hを調整したアルカリ溶液に浸漬する処理) することによって 、カルボキシル基がアルカリ金属で中和されて繊維に保湿性を付与できる。すなわち、該 架橋繊維中に沈着した状態で含まれる銀(または銅)もしくはその化合物は、非常に微細 で大きな表面積(即ち、ウイルスとの接触界面)を持った状態で架橋繊維中に存在してい るので、ウイルスと繊維中の微細粒状の銀(または銅)もしくはそれらの化合物が接触す ると、該微細粒状の銀(または銅)もしくはそれらの化合物によって速やかに該ウイルス が不活化される。また上記金属および/または金属化合物によるウイルス不活化作用は、 繊維中に含まれるカルボン酸アルカリ塩の如き吸湿・保湿性官能基の共存によって、水の 存在で微量の金属がイオン化してウイルス不活化効果が高まるのではないかと考えられる

## [0042]

本発明の抗ウイルス性繊維は上記の様な特徴を有しているが、その外観形状については 様々な形態を取ることができる。例えば紡績糸、ヤーン(ラップヤーンを含む)、フィラ メント、不織布、織物、編物、シート状、マット状、綿状、紙状、積層体など任意の繊維 製品として使用できる。また、上記ウイルス不活化効果を有する本発明の架橋繊維を単独 で使用し得る他、必要に応じて他の天然繊維や合成繊維、半合成繊維などと混合(混紡、 混繊を含む)して上記繊維製品とすることも勿論可能である。

## [0043]

即ち、前記金属および/または金属化合物を有する架橋構造の繊維、更には吸湿・保湿 性のカルボン酸塩と前記金属および/または金属化合物が共存する架橋構造の繊維は、他 の繊維と混合して繊維製品としても、優れたウイルス不活化効果を発揮する。

#### [0044]

尚、抗ウイルス性繊維と他の繊維を混合して使用する場合、繊維製品のウイルス不活化 効果を高めるために、全繊維成分中、前記金属および/または金属化合物が好ましくは0 . 2質量%以上、より好ましくは0. 4質量%以上、更に好ましくは0. 8質量%以上含 まれていることが推奨される。尚、上限は特に限定されないが、強度等の物性が悪くなる 恐れがあるので、好ましくは10質量%以下、より好ましくは5質量%以下、更に好まし くは2質量%以下であることが推奨される。

## [0045]

具体的な繊維製品としてはウイルスによる感染防止の観点からマスク、着衣、布製身回 り品が例示されるが、これらに限らず、あらゆる繊維製品に本発明の抗ウイルス性繊維を 構成素材として繊維製品を提供することが可能である。

#### [0046]

マスクとしては一般市販品、医療用マスクが例示される。

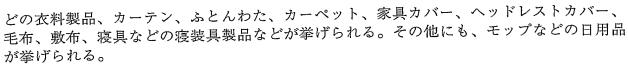
#### [0047]

布製身回り品としては、例えばハンカチ、タオル、ネクタイ、めがね拭き、雑巾、布巾 などの直接手を触れる布製品;

着衣としては、例えばガウン、エプロン、ズボン、手術着、白衣、シューズカバーなど の各種布製品;

身回り品としては、例えばキャップ、シーツ、枕カバー、包帯、ガーゼ、フィルター、 シューズ、手袋などの布製品;

上記以外の繊維製品としては服地、下着、裏地、シャツ、ブラウス、トレーニングパン ツ、作業服、タオル地、スカーフ、靴下、ストッキング、セーター、履物、サポーターな



## [0048]

以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、下記実施例は上記要件から選択した例示的構成であって、適宜上記記載に基づいて構成を変更しても、本発明の効果を得ることができる。したがって本発明はもとより下記実施例によって制限を受けるものではなく、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更して実施することも可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。なお、実施例で採用した評価法は下記の通りである。

## 【実施例1】

## [0049]

「試料No.  $1\sim5$  を用いてウイルスの不活化効果を調べた。尚、不活化試験方法は下記方法による。

## [0050]

## [カルボキシル基測定方法]

開繊した試料1gを1mo1/Lの塩酸水溶液50m1に浸漬、攪拌し、pH2.5以下とした後、取出してイオン交換水で水洗する。次いで脱水し、105 $\mathbb C$ の熱風乾燥機(ヤマト科学製DK400型)で乾燥させた後、裁断する。試料0.2gを精秤し[W1(g)]、ビーカーに入れる。次いで蒸留水100m1、0.1mo1/L濃度の水酸化ナトリウム水溶液15m1、塩化ナトリウム0.4gをビーカーに入れて15分以上攪拌した後、ろ過し、得られたろ過液を0.1mo1/Lの塩酸水溶液で滴定[X1(m1)]し(尚、指示薬にフェノールフタレインを用いる)、下記式からカルボキシル基量[Y(mmo1/g)]を算出する。

カルボキシル基量  $[Y (mmol/g)] = (0.1 \times 15 - 0.1 \times X1) / W1$ 

## [0051]

## [中和度測定方法]

開繊した試料 1 g を 1 0 5  $\mathbb C$  の熱風乾燥機で乾燥させた後、裁断する。該試料 0 . 4 g を精秤し [W2(g)]、ビーカーに入れ、次いで蒸留水 1 0 0 m 1 、0 . 1 m o 1 / L 濃度の水酸化ナトリウム水溶液 1 5 m 1 、塩化ナトリウム 0 . 4 g をビーカーに入れて 1 5 分以上攪拌した後、ろ過し、得られたろ過液を 0 . 1 m o 1 / L の塩酸水溶液で滴定 [X2(m1)] し(尚、指示薬にフェノールフタレインを用いる)、下記式から H 型カルボキシル基量 [Z(mmo1/g)] を算出する。

H型カルボキシル基量  $[Z (mmo1/g)] = (0.1 \times 15 - 0.1 \times X2) / W2$  得られたH型カルボキシル基量 (Z) と、上記カルボキシル基測定方法によって得られたカルボキシル基量 (Y) から下記式に基づいて中和度を求める。

中和度 (%) =  $(Y-Z)/Y \times 100$ 

## [0052]

## [試験ウイルス]

試験ウイルスとしては、Aソ連型インフルエンザウイルス  $[A/New\ Caledonia/20/99\ (H1N1)]$  を用いた。

#### [0053]

#### 「不活化試験]

試料及びブランク(試料No.5)を夫々2gを50ml試験管に詰めた後、ウイルス溶液を試験管に45mL添加し、25℃に維持しながら22時間振盪した後、試験管から5ml採取して、遠心分離処理(3000rpm、30分間)する。遠心分離処理後、上澄を10倍段階希釈し、ウイルス感染価をMadin-Darby Сanine Kidney細胞(MDCK細胞)を用いて測定する。

#### [0054]

試料No. 1

アクリロニトリル90質量%と酢酸ビニル10質量%とからなるアクリロニトリル系共重合体(30 $\mathbb C$ のジメチルホルムアミド中での極限粘度 [n]=1. 2)10質量部を、48質量%ロダンソーダ水溶液90質量部に溶解した紡糸原液を使用し、常法に従って紡糸、延伸(全延伸倍率:10倍)した後、乾球/湿球=120 $\mathbb C$ /60 $\mathbb C$ の雰囲気下で乾燥及び湿熱処理を施して原料繊維(単繊維繊度0. 9dtex、繊維長51mm)を得た

#### [0055]

#### [0056]

一 尚、繊維中のAg含有量は、該繊維を混合溶液(硝酸、硫酸、過塩素酸)で湿式分解した後、原子吸光法によって測定した。

## [0057]

この繊維1を使用して目付100 $g/m^2$ (200 $\times$ 658RH環境下)のニードルパンチ加工不織布(試料N0. 1)を作成し、この不織布のインフルエンザウイルスに対する不活化効果を調べた。結果を表1に示す。

#### [0058]

試料No. 2~No. 4

上記繊維 1 と、ポリエチレンテレフタレート短繊維(繊維長 3 8 mm、繊度 0. 9 d t e x) を、8 0 : 2 0 の割合で混繊し、目付量 1 0 0 g /  $m^2$  (2 0  $\mathbb{C} \times 6$  5 %  $\mathbb{R}$  H 環境下)のニードルパンチ加工不織布(試料 N o. 2 )を作成した。また試料 N o. 3 は上記繊維 1 とポリエチレンテレフタレート短繊維の割合を 4 0 : 6 0 とし、試料 N o. 4 は 2 0 : 8 0 とした以外は、試料 N o. 2 と同様にして不織布を作成した。これら不織布のインフルエンザウイルスに対する不活化効果を調べた。結果を表 1 に示す。

## [0059]

試料No.5 (ブランク)

ポリエチレンテレフタレート短繊維(繊維長  $3.8\,\mathrm{mm}$ 、繊度  $0.9\,\mathrm{d}$  t e x ) を用いて目付量  $1.00\,\mathrm{g/m^2}$  ( $2.0\,\mathrm{C}\times6.5\,\mathrm{S}\,\mathrm{R}\,\mathrm{H}$ 環境下)のニードルパンチ加工不織布(試料  $\mathrm{No.5}$ ) を作成し、不織布のインフルエンザウイルスに対する不活化効果を調べた。結果を表 1 に示す。

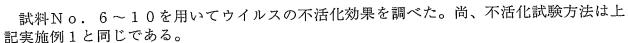
## [0060]

【表1】

|         | Ag系微粒子(%) | インフルエンザ不活性化率(%) |
|---------|-----------|-----------------|
| 試料No. 1 | 1.0       | >99. 99         |
| 試料No. 2 | 0.8       | 99. 98          |
| 試料No. 3 | 0.4       | 99. 87          |
| 試料No. 4 | 0. 2      | 99. 15          |
| 試料No. 5 | 0         | 0               |

## 【実施例2】

[0061]



[0062]

試料No. 6

上記実施例1の試料No. 1のニードルパンチ加工不織布を用いた。

[0063]

試料No. 7

上記実施例1の試料No. 1の架橋アクリル繊維を、硝酸水溶液でpHを1. 5に調整した0. 08質量%硝酸銀水溶液中に浸漬させてイオン交換反応(70  $\mathbb C$ 、30  $\mathbb O$ 間)を行い、次いで、脱水処理、純水による洗浄処理、乾燥処理を施して、銀イオン交換処理繊維を得た以外は試料No. 1と同様にしてニードルパンチ加工不織布(試料No. 7)を作成した。尚、繊維中には0. 8質量%Ag系微粒子が沈着していた。

[0064]

試料No.8

上記実施例1の試料No.1の架橋アクリル繊維を、硝酸水溶液でpHを1.5に調整した0.04質量%硝酸銀水溶液中に浸漬させてイオン交換反応(70℃、30分間)を行い、次いで、脱水処理、純水による洗浄処理、乾燥処理を施して、銀イオン交換処理繊維を得た以外は試料No.1と同様にしてニードルパンチ加工不織布(試料No.8)を作成した。尚、繊維中には0.4質量%Ag系微粒子が沈着していた。

[0065]

試料No. 9

上記実施例1の試料No. 1の架橋アクリル繊維を、硝酸水溶液でpHを1. 5に調整した0. 02質量%硝酸銀水溶液中に浸漬させてイオン交換反応(70  $\mathbb C$ 、30  $\mathbb O$ 間)を行い、次いで、脱水処理、純水による洗浄処理、乾燥処理を施して、銀イオン交換処理繊維を得た以外は試料No. 1と同様にしてニードルパンチ加工不織布(試料No. 9)を作成した。尚、繊維中には0. 2質量%Ag系微粒子が沈着していた。

[0066]

試料No. 10

上記実施例1の試料No.5のニードルパンチ加工不織布を用いた。

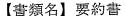
[0067]

試料No.  $6\sim1$ 0のインフルエンザウイルスに対する不活化効果を調べた。結果を表 2に示す。

[0068]

【表2】

|          | Ag系微粒子(%) | インフルエンザ不活性化率(%) |
|----------|-----------|-----------------|
| 試料No. 6  | 1. 0      | >99. 99         |
| 試料No. 7  | 0.8       | 99. 99          |
| 試料No. 8  | 0. 4      | 99. 95          |
| 試料No. 9  | 0. 2      | 99. 50          |
| 試料No. 10 | 0         | 0               |



【要約】

【課題】 ウイルスに対して優れた増殖抑制乃至撲滅効果(不活化効果)を有する繊維、及び該繊維の製造方法、並びに該繊維を含む繊維製品を提供すること。

【解決手段】 架橋構造を有し、且つ分子中にカルボキシル基を有する繊維中に、ウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属および/または金属化合物の微粒子が分散しているところに要旨を有する抗ウイルス性繊維、及び架橋構造を有し、分子中にカルボキシル基を有する繊維の該カルボシキル基の少なくとも一部にウイルスに対して不活化効果を有し、且つ水に難溶性の金属の金属イオンを結合させた後、還元および/または置換反応により前記金属および/または金属化合物の微粒子を該繊維中に析出させるところに要旨を有する抗ウイルス性繊維の製法。

手続補足書にて提出

【書類名】 出願人名義変更届 【整理番号】 33040 平成16年10月28日 【提出日】 【あて先】 特許庁長官殿 【事件の表示】 【出願番号】 特願2004-57307 【承継人】 【識別番号】 000003160 大阪府大阪市北区堂島浜二丁目2番8号 【住所又は居所】 東洋紡績株式会社 【氏名又は名称】 【承継人代理人】 【識別番号】 100075409 【弁理士】 【氏名又は名称】 植木 久一 【選任した代理人】 【識別番号】 100115082 【弁理士】 【氏名又は名称】 菅河 忠志 【選任した代理人】 【識別番号】 100125184 【弁理士】 【氏名又は名称】 二口 治 【選任した代理人】 【識別番号】 100125243 【弁理士】 伊藤 浩彰 【氏名又は名称】 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 006596 4,200円 【納付金額】 【提出物件の目録】 一部譲渡証書 1 【物件名】

【提出物件の特記事項】

【包括委任状番号】 0408217

特願2004-057307

出願人履歴情報

識別番号

[000004053]

1. 変更年月日

1990年 8月16日

[変更理由]

新規登録

住所

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

氏 名 日本エクスラン工業株式会社

特願2004-057307

出願人履歴情報

識別番号

[000003160]

1. 変更年月日 [変更理由]

住 所 氏 名 1990年 8月10日

新規登録

大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

東洋紡績株式会社